

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **2001015250 A**

(43) Date of publication of application: **19.01.01**

(51) Int. Cl. **H05B 3/14**

(21) Application number: **11181817**

(22) Date of filing: **28.06.99**

(71) Applicant: **MITSUBISHI PENCIL CO LTD**

(72) Inventor: **SUDA YOSHIHISA  
KANBA NOBORU  
SHIMIZU OSAMU**

(54) **MANUFACTURE OF CARBON BASE HEATING ELEMENT**

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain desirable shape, specific resistance value and, temperature coefficient, especially temperature coefficient actually near to zero by mixing at least one of metal or semimetal compounds to a specified composition in a ratio corresponding to desirable specific resistance, and baking such mixture at a temperature determined based on a desirable resistance variation ratio obtained from resistance value at room temperature and that at operating temperature.

**SOLUTION:** A temperature determined based on a

desirable resistance variation ratio is preferable to be 1700°C or higher but 1800°C or lower. As a composition, an organic substance showing a carbonizing yield of 5% or more by baking in an inert gas atmosphere is used. As metal or a semimetal compound, easily available metal carbide, metal boride, semimetal nitride, and semimetal oxide are listed. The kind and the amount of metal or semimetal compound used are suitably selected based on the resistance value and shape of an object heating element, alone or a mixture of two or more kinds can be used, but use of boron carbide, silicon carbide, boron nitride, and aluminum oxide is preferable from the standpoint of easy control of resistance value.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-15250

(P2001-15250A)

(43) 公開日 平成13年1月19日 (2001.1.19)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

H 0 5 B 3/14

識別記号

F I

H 0 5 B 3/14

データベース(参考)

F 3 K 0 9 2

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平11-181817

(22) 出願日 平成11年6月28日 (1999.6.28)

(71) 出願人 000005957

三菱鉛筆株式会社

東京都品川区東大井5丁目23番37号

(72) 発明者 須田 吉久

東京都品川区東大井5丁目23番37号 三菱  
鉛筆株式会社内

(72) 発明者 神庭 昇

東京都品川区東大井5丁目23番37号 三菱  
鉛筆株式会社内

(74) 代理人 100077517

弁理士 石田 敬 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭素系発熱体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 任意の形状・固有抵抗値及び温度係数、特に、実質的に零に近い温度係数を有する炭素系発熱体の製造方法を提供する。

【解決手段】 塩素化塩化ビニル樹脂等の樹脂に黒鉛粉末と窒化硼素を混合し、1700℃以上1800℃以下の温度で焼成する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 賦形性を有し焼成後実質的に零でない炭素残査収率を示す組成物に、金属或いは半金属化合物の一種または二種以上を、所望の固有抵抗値に応じた割合で混合し、室温での抵抗値に対する使用温度での抵抗値の割合を抵抗変化率とすると、所望の抵抗変化率から決定される温度で焼成するステップを具備することを特徴とする炭素系発熱体の製造方法。

【請求項 2】 前記所望の抵抗変化率から決定される温度は 1700℃以上 1800℃以下である請求項 1 記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、発熱体として必要な任意の固有抵抗値、形状及び温度係数を有する炭素系発熱体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、抵抗用発熱体としては主としてタングステン線やニクロム線などの金属線加工品と等方性炭素材料やガラス状炭素などの炭素の切削加工品、炭化珪素などの金属化合物が使用されてきた。その中でも金属線の加工品は主として小型の民生機器のヒーター用発熱体として、炭素や金属化合物は産業用炉などに使用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】従来の発熱体用素材の中でも炭素は、金属線などと異なり、発熱速度、発熱効率、遠赤外線の発生効率が良いなど優れた特徴を有している。しかし従来の炭素発熱体は、大きな板形状体やブロック形状体より切削加工により作製するため製造工程が煩雑で高価なうえ細い物や薄い物など作製することが困難である。また、ある規格範囲の固有抵抗値を有するブロック体などから切削するため発熱量の制御は形状を変えるしか方策がないなどの問題点を有している。

【0004】また、一般の炭素発熱体は負の温度係数を持ち、高温になると常温での抵抗より抵抗値が下がる。炭素発熱体は通電時に瞬時に目的の温度まで上昇するとはいえ、この抵抗値の変化率によっては、温度の自動制御等がやりにくくなる可能性がある。したがって本発明の目的は、任意の形状、固有抵抗値及び温度係数、特に、実質的に零に近い温度係数を有する炭素系発熱体の製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、賦形性を有し焼成後実質的に零でない炭素残査収率を示す組成物に、金属或いは半金属化合物の一種または二種以上を、所望の固有抵抗値に応じた割合で混合し、室温での抵抗値に対する使用温度での抵抗値の割合を抵抗変化率とすると、所望の抵抗変化率から決定される温度で焼成するステップを具備する炭素系発熱体の製造方法が提

供される。

【0006】前記の所望の抵抗変化率から決定される温度は 1700℃以上 1800℃以下であることが望ましい。焼成温度が 1700℃未満では、使用時に負の抵抗変化(減少)を起し、焼成温度が低いほど使用時に温度に依存する抵抗値の減少量が大きくなる。1800℃を超える焼成温度では、使用時に正の抵抗変化(増加)を起し、焼成温度の増加に伴い、使用時に温度に依存する抵抗値の増加量も大きくなる。前述の定義による抵抗変化率と焼成温度の関係が予めわかっているれば、目的に応じて抵抗変化率を焼成温度で調整することが可能となり、温度の自動制御等も容易になる。

【0007】前述の金属或いは半金属化合物とは一般に入手可能な金属炭化物、金属硼化物、金属珪化物、金属窒化物、金属酸化物、半金属窒化物、半金属酸化物、半金属炭化物等が挙げられる。使用する金属或いは半金属化合物種と量は、目的とする発熱体の抵抗値・形状により適宜選択され、単独でも二種以上の混合体でも使用することができるが、抵抗値制御の簡易さから、特に炭化硼素、炭化珪素、窒化硼素、酸化アルミを使用することが好ましく、炭素の持つ優れた特性を堅持するためにもその使用量は 70 重量部以下が好ましい。

【0008】前述の組成物としては、不活性ガス雰囲気中での焼成により 5%以上の炭化収率を示す有機物質を使用するものである。具体的には、ポリ塩化ビニル、ポリアクリロニトリル、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル-ポリ酢酸ビニル共重合体、ポリアミド等の熱可塑性樹脂、フェノール樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ポリイミド等の熱硬化性樹脂、リグニン、セルロース、トラガントガム、アラビアガム、糖類等の縮合多環芳香族を分子の基本構造内に持つ天然高分子物質、及び前記には含有されない、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物、コブナ樹脂等の縮合多環芳香族を分子の基本構造内に持つ合成高分子物質が挙げられる。使用する組成物種と量は、目的とする発熱体の形状により適宜選択され、単独でも二種以上の混合体でも使用することができるが、特にポリ塩化ビニル樹脂、フラン樹脂を使用することが好ましく、炭素の持つ優れた特性を堅持するためにもその使用量は 30 重量部以上が好ましい。

【0009】前述の組成物中には炭素粉末が含有されていることが好ましい。炭素粉末としては、カーボンブラック、黒鉛、コークス粉等が挙げられるが、使用する炭素粉末種と量は、目的とする発熱体の抵抗値・形状により適宜選択され、単独でも二種以上の混合体でも使用することができるが、特に形状制御の簡易さから黒鉛を使用することが好ましい。

【0010】本発明では、前述の有機物質の焼成により生じる炭素材料及び炭素粉は電気良導体として、そして金属或いは半金属化合物は導電阻害物質として作用して

おり、電流は導電阻害物質である金属或いは半金属化合物を飛び越え、いわゆるホッピングしながら炭素材料またはそれと炭素粉末を媒体として流れる。このためこれら2つないし3つの成分の種類やその比率等を変え、それらを均一に混合、分散させ焼成することにより、所望の固有抵抗値を有する本発明の炭素系発熱体を得ることができる。

【0011】また本発明の炭素系発熱体は、発熱速度、発熱効率、遠赤外線発生効率など発熱体としての優れた特徴を具備し、設計どおりの抵抗値と形状を有するため、設定電流・電位の印加により発熱量を容易に制御することが可能である。但し、発熱量を制御する際には、場合によりかなりの高温になることから、アルゴンガス等の不活性ガス雰囲気と⑧た容器中で使用することで、酸化を防止する必要がある。またこの時遠赤外線の発生効率の妨げとならずに高温に耐える石英等の透明を容器を用いることが望ましい。

【0012】

【実施例】本明細書において、抵抗変化率とは、室温での抵抗値に対する使用温度（1200℃）での抵抗値の割合（%）と定義する。

（実施例1）塩素化塩化ビニル樹脂（日本カーバイド社製 T-741）33重量%に天然黒鉛微粉末（日本黒鉛製、平均粒径5μm）1重量%、窒化硼素（信越化学工業製 平均粒径2μm）66重量%に、可塑剤としてジアリルフタレートモノマー20重量%を添加して、ヘンシェルミキサーを用いて分散した後、表面温度を120℃に保ったミキシング用二本ロールを用いて十分に混練を繰り返して組成物を得、ペレタイザーによってペレット化し、成形用組成物を得た。このペレットをスクリー型押出機成形し、これを200℃に加熱されたエアオープン中で10時間処理してプレカーサー（炭素前駆体）線材とした。次に、これを $1 \times 10^{-2}$ Pa以下の真空中で1500℃で焼成し、丸棒状の炭素系発熱体を得た。

【0013】得られた炭素系発熱体は直径1.3mmφ、ホイートストーンブリッジ法により固有抵抗を測定したところ、 $2.4 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ の値を有していた。この炭素系発熱体を長さ300mmに切断し、端部にリードを接続し、アルゴンガス雰囲気⑧の石英管中で通電し、120

0℃での抵抗値は31.1Ωで、抵抗変化率は約74%であった。また使用中にクラックの発生もなく安定した発熱量を得ることができた。

（実施例2）真空中での焼成温度を1650℃にした以外、実施例1と同様にして、直径1.3mmφ、固有抵抗 $1.7 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ の丸棒状の炭素系発熱体を得た。

【0014】この炭素系発熱体を長さ300mmに切断し、端部にリードを接続し、アルゴンガス雰囲気⑧の石英管中で通電し、1200℃での抵抗値は27.9Ωで、抵抗変化率は約79%であった。また使用中にクラックの発生もなく安定した発熱量を得ることができた。

（実施例3）真空中での焼成温度を1700℃にした以外、実施例1と同様にして、直径1.3mmφ、固有抵抗 $1.3 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ の丸棒状の炭素系発熱体を得た。

【0015】この炭素系発熱体を長さ300mmに切断し、端部にリードを接続し、アルゴンガス雰囲気⑧の石英管中で通電し、1200℃での抵抗値は25.2Ωで、抵抗変化率は約8.6%であった。また使用中にクラックの発生もなく安定した発熱量を得ることができた。

（実施例4）真空中での焼成温度を1800℃にした以外、実施例1と同様にして、直径1.3mmφ、固有抵抗 $8 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ の丸棒状の炭素系発熱体を得た。

【0016】この炭素系発熱体を長さ300mmに切断し、端部にリードを接続し、アルゴンガス雰囲気⑧の石英管中で通電し、1200℃での抵抗値は19.6Ωで、抵抗変化率は約10.8%であった。また使用中にクラックの発生もなく安定した発熱量を得ることができた。

（実施例5）真空中での焼成温度を1900℃にした以外、実施例1と同様にして、直径1.3mmφ、固有抵抗 $7 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ の丸棒状の炭素系発熱体を得た。

【0017】この炭素系発熱体を長さ300mmに切断し、端部にリードを接続し、アルゴンガス雰囲気⑧の石英管中で通電し、1200℃での抵抗値は16.2Ωで、抵抗変化率は約11.5%であった。また使用中にクラックの発生もなく安定した発熱量を得ることができた。

【0018】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、任意の形状・固有抵抗値及び温度係数、特に、実質的に零に近い温度係数を有する炭素系発熱体の製造方法が提供される。

フロントページの続き

(72)発明者 清水 修

東京都品川区東大井5丁目23番37号 三菱鉛筆株式会社内

Fターム(参考) 3K092 QB14 QB74 VV19